

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-20087

(P2001-20087A)

(43) 公開日 平成13年1月23日 (2001.1.23)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームト* (参考)
C 2 3 G 5/06		C 2 3 G 5/06	3 C 0 5 8
B 2 4 B 37/00		B 2 4 B 37/00	H 4 G 0 7 2
C 0 1 B 33/14		C 0 1 B 33/14	4 K 0 5 3
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14	5 5 0 D
			5 5 0 Z
審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全 7 頁) 最終頁に続く			

(21) 出願番号 特願平11-190799

(22) 出願日 平成11年7月5日 (1999.7.5)

(71) 出願人 000003078

株式会社東芝

神奈川県川崎市幸区堀川町72番地

(71) 出願人 000004178

ジェイエスアール株式会社

東京都中央区築地2丁目11番24号

(72) 発明者 矢野 博之

神奈川県横浜市磯子区新杉田8番地 株式

会社東芝横浜事業所内

(74) 代理人 100094190

弁理士 小島 清路

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 銅の化学機械研磨用水系分散体

## (57) 【要約】

【課題】 銅の化学機械研磨に用いられ、安定性に優れ、研磨速度が大きく、且つスクラッチ等の発生が少ない、半導体装置の製造において有用な水系分散体を提供する。

【解決手段】 炭酸水素イオン及び／又は炭酸イオン、クエン酸イオン、シリカ粒子並びに過酸化水素及び／又は過酸化水素イオンを含有し、pH3～10の範囲において、銅の化学機械研磨に有用な水系分散体を得る。クエン酸イオンは、クエン酸アンモニウム等より生成させることができる。シリカ粒子としては、ヒュームド法シリカ等を用いることができる。炭酸水素イオン及び／又は炭酸イオンの濃度は0.0002～0.02モル／リットル、クエン酸イオンの濃度は0.0002～0.5モル／リットル、シリカ粒子の含有量は0.3～15重量%、及び過酸化水素の含有量は0.01～5重量%とすることが好ましい。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 炭酸水素イオン及び／又は炭酸イオン、クエン酸イオン、シリカ粒子並びに過酸化水素及び／又は過酸化水素イオンを含有し、pHが3～10であることを特徴とする銅の化学機械研磨用水系分散体。

【請求項2】 上記炭酸水素イオン及び／又は炭酸イオンの濃度が0.0002～0.02モル／リットル、上記クエン酸イオンの濃度が0.0002～0.5モル／リットルであり、上記シリカ粒子の含有量が0.3～15重量%、上記過酸化水素及び／又は過酸化水素イオンの含有量（但し、過酸化水素イオンの場合は過酸化水素に換算する。）が0.01～5重量%である請求項1記載の銅の化学機械研磨用水系分散体。

【請求項3】 更にアンモニウムイオンが含有されている請求項1又は2記載の銅の化学機械研磨用水系分散体。

【請求項4】 シルセスキオキサンを主成分とする絶縁膜を有する半導体において銅膜の研磨に使用される請求項1乃至3のうちのいずれか1項に記載の銅の化学機械研磨用水系分散体。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、銅の化学機械研磨用水系分散体に関する。更に詳しくは、本発明は、安定性に優れ、研磨速度が大きく効率的に研磨することができ、且つスクラッチ、エッチング、シンニング、ディッシング及びキーホールなどの発生が少なく、精度の高い仕上げ面が得られる水系分散体に関する。本発明の水系分散体は、誘電率の低い多孔質の絶縁膜に対しても損傷を与えることがなく、半導体装置の製造において有用である。

## 【0002】

【従来の技術】半導体装置の製造における最近の技術として、プロセスウェーハ上の絶縁膜に形成された孔若しくは溝などに銅などの配線材料を埋め込んだ後、絶縁膜の表面より上の配線材料を研磨によって除去することによって配線を形成する手法がある。この研磨においては、機械的な研磨と化学的作用とを効果的に組み合わせることが必要であり、機械的效果と化学的效果のバランスが精度の高い良好な仕上げ面を得るうえで重要である。機械的研磨が強すぎると機械的損傷が大きくスクラッチの原因となる。また、化学的作用として、金属をイオン化して溶解する作用が強すぎるとエッチング、シンニング、ディッシング、キーホールなどの問題が発生する。

【0003】金属をイオン化し、溶解する化学的作用を高めた研磨剤では、研磨速度は大きくなるものの、研磨面に腐食痕が発生することがあり、配線材料が過度にエッチングされて精度の高い良好な仕上げ面を得ることができない。一方、アルミナ或いはジルコニア等の硬い砥

粒を用いることにより、機械的效果を高めた研磨剤も使用されている。しかし、この研磨剤では、配線材料ばかりでなく、絶縁膜までも過度に研磨されてしまって良好なダマシン配線とすることができないという問題がある。特に、誘電率の低い多孔質の絶縁膜では、大きなスクラッチが発生することもあり、場合によっては絶縁膜が剥離してしまうこともある。

【0004】特開平10-163141号公報には、三価の鉄化合物を含有する銅用研磨剤組成物が記載されている。しかし、鉄イオンは研磨剤のpHが中性である場合は水酸化物として析出してしまい、化学的作用がほとんどなくなって配合する意味がない。化学的作用を有効に働かせるため鉄イオンのままで含有される研磨剤とするためには、そのpHを低い領域に保持すればよいが、低pH領域では、半導体を浸漬した際の銅膜のエッチングが大きく、銅配線のディッシング、エロージョン等も問題になる。更に、銅の研磨において銅以外の金属を含む研磨剤を使用することは金属汚染の観点からもあまり好ましくなく、被研磨面に付着した他の金属を完全に除去するためには特殊な洗浄液を使用する必要がある等の問題もある。

【0005】また、特開平9-555363号公報には、銅と反応し、水に難溶であり、且つ銅よりも機械的に脆弱な銅錯体を生成する水溶性の有機酸、研磨砥粒及び水を含有する銅系金属用研磨液が開示されている。しかし、このような特性を有する水溶性の有機酸である2-キノリンカルボン酸は一般に極めて高価である。そのため、このような酸を含有する研磨剤は、コストの面で使用分野が制約されるとの問題がある。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記の従来の問題を解決するものであり、安定性に優れ、研磨速度が大きく、効率よく研磨することができ、且つスクラッチ、エッチング、シンニング、ディッシング及びキーホールなどの発生が少なく、精度の高い良好な仕上げ面を得ることができる、銅の化学機械研磨用水系分散体を提供することを目的とする。更に、本発明は、鉄などの他の金属による汚染もなく、誘電率の低い多孔質の絶縁膜であっても、スクラッチ或いは剥離等を生ずることなく研磨することができ、半導体装置の製造において有用な銅の化学機械研磨用水系分散体を提供することを目的とする。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】シリカ粒子を砥粒とし、銅の研磨において優れた安定性と研磨性能とを有する水系分散体を得ることを目的とし検討した結果、特に、炭酸水素イオン及び／又は炭酸イオン、クエン酸イオン並びに過酸化水素及び／又は過酸化水素イオンを含有する水系分散体とした場合に、シリカ粒子の凝集が抑えられ、安定性に優れ、より研磨速度が大きく、且つスクラ

ッチ、ディッシング、エロージョン等の発生も少ないことが見出された。本発明は、このような知見に基づいてなされたものである。

【0008】第1発明の銅の化学機械研磨に用いられる水系分散体は、炭酸水素イオン及び／又は炭酸イオン、クエン酸イオン、シリカ粒子並びに過酸化水素及び／又は過酸化水素イオンを含有し、pHが3～10であることを特徴とする。上記「銅」には、純銅ばかりでなく、銅-シリコン、銅-アルミニウム等、95重量%以上の銅を含有する合金も含まれるものとする。

【0009】上記「炭酸水素イオン及び／又は炭酸イオン」は、炭酸水素塩或いは炭酸塩をイオン交換水等に添加すること等によって生成させることができる。この炭酸水素塩としては、炭酸水素カリウム、炭酸水素アンモニウム、炭酸水素ルビジウム、炭酸水素セシウム等を使用することができる。また、炭酸塩としては、炭酸カリウム、炭酸アンモニウム、炭酸ルビジウム、炭酸セシウム等を用いることができる。これらのうちカリウム塩及びアンモニウム塩は、半導体装置への悪影響が少ないうえ、高純度品が安価に得られるため好ましい。炭酸水素塩或いは炭酸塩は、シリカ粒子の凝集を特に中性域において抑制し、水系分散体の安定性を維持する作用を有し、この作用に優れる炭酸水素カリウムがより好ましい。

【0010】これらの炭酸水素イオン等は、必ずしも炭酸水素塩などを水に溶解させて生成させる必要はなく、シリカ粒子の調製時に使用される炭酸水素塩等から生成し、必然的に水系分散体に含有されることになるものであってもよい。尚、炭酸水素ナトリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素リチウム、炭酸リチウム等のナトリウム塩、リチウム塩も使用し得るが、半導体装置に悪影響を及ぼす恐れがあるため、その含有量等に留意する必要がある。

【0011】上記「クエン酸イオン」は、1価、2価及び3価のいずれであってもよく、これらのクエン酸イオンの対の陽イオンは、水素イオン、アンモニウムイオン、カリウムイオン等、特に限定はされない。クエン酸イオンは、クエン酸及びクエン酸アンモニウム、クエン酸カリウム等のクエン酸塩を水（イオン交換水等）に添加することによって生成させることができる。クエン酸を使用する場合は、通常、クエン酸の添加の前又は後にアルカリ化合物を加えてpHを調整する。

【0012】上記「シリカ粒子」としては高純度なシリカ粒子が好ましい。そのようなシリカ粒子としては、ヒュームド法シリカ粒子、テトラエトキシシランから合成されるシリカ粒子、精製によりナトリウムイオンなどの金属不純物が除去されたコロイダルシリカ、真空中で合成されたシリカ粒子（ナノフェーズテクノロジー社製）などが挙げられる。これらのシリカ粒子のうち特に好ましいものは、気相法により合成され、表面積が20～

400m<sup>2</sup>/g、特に30～150m<sup>2</sup>/gのヒュームド法シリカ粒子である。このシリカ粒子の表面積が20m<sup>2</sup>/g未満であると、1次粒子径が大きく、凝集、沈降を防止することが容易ではなく、銅と絶縁膜とをバランスよく研磨することができないとの問題もある。一方、表面積が400m<sup>2</sup>/gを超える場合は、1次粒子径が小さすぎて銅を十分な速度で研磨することができないことがある。

【0013】上記「過酸化水素及び／又は過酸化水素イオン」は酸化剤として使用されるものであり、過酸化水素の一部が解離して生成する過酸化水素イオンも、酸化剤としての同様の作用、効果を有する。また、過酸化水素は、硝酸鉄等の金属塩からなる酸化剤のように、金属イオンによる被研磨面等の汚染などの問題がないため酸化剤として特に好ましいものである。

【0014】第2発明の銅の化学機械研磨用水系分散体は、第1発明において、炭酸水素イオン及び／又は炭酸イオン濃度、クエン酸イオン濃度、シリカ粒子含有量並びに過酸化水素及び／又は過酸化水素イオン含有量（イオンの場合は過酸化水素に換算する。）の推奨される範囲を明らかにしたものである。炭酸水素イオン及び／又は炭酸イオンの濃度は、0.0002～0.02モル/リットルとすることが好ましく、特に0.0005～0.01モル/リットルとすることがより好ましい。炭酸水素イオン及び／又は炭酸イオンの濃度が0.0002モル/リットル未満であると、或いは0.02モル/リットルを超える場合は、シリカ粒子が凝集し易く、沈降してしまう傾向にあり、安定な水系分散体とすることができないため好ましくない。この炭酸水素イオン等の濃度はイオンクロマトグラフィーによって測定することができる。

【0015】クエン酸イオンの濃度は、0.0002～0.5モル/リットルとすることが好ましく、特に0.001～0.1モル/リットルとすることがより好ましい。クエン酸イオンの濃度が0.0002モル/リットル未満であると、研磨速度が低下する傾向にある。一方、この濃度が0.5モル/リットルを超える場合は、被研磨面が腐食し、精度の高い良好な仕上げ面が得られないことがある。このクエン酸イオンの濃度はイオンクロマトグラフィーによって測定することができる。

【0016】シリカ粒子の含有量は、0.3～15重量%とすることが好ましく、特に1～12重量%、更には3～10重量%とすることがより好ましい。シリカ粒子の含有量が0.3重量%未満であると、水系分散体が研磨剤として十分に機能しないことがある。一方、15重量%のシリカ粒子を含有しておれば、十分な性能を有する研磨剤とすることができ、15重量%を超えて含有させてもコストの上昇を招くばかりである。

【0017】過酸化水素及び／又は過酸化水素イオンの含有量は、0.01～5重量%とすることが好ましく、

特に0.1~3重量%、更には0.5~2.5重量%とすることがより好ましい。この過酸化水素等の含有量は、特に1~2重量%とすることが好ましいが、0.3~0.4重量%とすることもでき、0.1重量%程度であっても所要性能を備える水系分散体とすることができる。過酸化水素等の含有量が0.01重量%未満であると、研磨速度が不十分となり、この含有量が5重量%を超える場合は、被研磨面が腐食することがある。

【0018】上記「水系分散体」のpHは「3~10」であり、特に5~10、更には7~9の範囲に調整することが好ましい。このpHの調整は硝酸、硫酸等の酸、或いは水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、アンモニア等のアルカリによって行うことができる。水系分散体のpHが3未満であると、銅に対するエッチングの作用が強いため、ディッシング及びエロージョン等が発生する。一方、このpHが10を超えると、特にシルセスキオキサンを主成分とする絶縁膜のように、誘電率が低く多孔質の絶縁膜である場合に、絶縁膜が過度に研磨され、良好なダマシン配線が得られないとの問題がある。

【0019】第3発明は、第1又は2発明の銅の化学機械研磨用水系分散体において、更にアンモニウムイオンが含有されていることを特徴とする。アンモニウムイオンを含有させることによって、より研磨速度の大きい水系分散体とすることができる。このアンモニウムイオンは、クエン酸アンモニウムを使用することにより、クエン酸イオンとともに生成させることができる。また、無機酸のアンモニウム塩及びアンモニア水などを用いることによって生成するアンモニウムイオンであってもよい。

【0020】第4発明は、第1乃至第3発明の水系分散体を、シルセスキオキサンを主成分とする絶縁膜を有する半導体の銅膜研磨に使用することを特徴とする。このシルセスキオキサンを主成分とする絶縁膜としては、膜厚が0.2~20 $\mu\text{m}$ であり、密度が0.3~1.85 $\text{g}/\text{cm}^3$ であって、孔径100nm以下の微細な空孔を有する多孔質なもの等が挙げられるが、第1乃至第3発明の水系分散体を使用すれば、特に、この絶縁膜を有する半導体の銅膜を研磨する場合にも、過度に研磨されたり、スクラッチが発生したり、絶縁膜が剥離したりすることが抑えられる。

【0021】更に、この水系分散体のpHの調整により、Ta或いはTa<sub>2</sub>N等からなるバリアメタルと銅との研磨速度等のバランスを制御することもできる。pHが6~8付近では、銅を研磨する速度が大きく、バリアメタルを研磨する速度は小さい。そのため、バリアメタル層がストッパー層として機能し、この中性の水系分散体は、半導体製造時、まず1段目用の研磨剤によって銅膜のみを研磨し、引き続いて、2段目用の研磨剤によってバリアメタル層を除去する、所謂、2段階研磨法における1段目の研磨剤に適している。一方、pHが3~6の

酸性側及びpHが8~10のアルカリ性側では銅を研磨する速度が小さくなる一方で、バリアメタルを研磨する速度は大きくなる。そのため、この酸性又はアルカリ性の水系分散体は銅とバリアメタルを同時に研磨することができ、2段階研磨法における2段目の研磨剤に適している。また、銅、バリアメタル及び絶縁層の組成等によって適宜pHを調整することにより、1段目及び2段目のいずれにも使用可能な水系分散体とすることもできる。

【0022】第1乃至第3発明の水系分散体を使用し、後記の実施例における(3)水系分散体の性能評価の②エッチング速度の項に記載の方法によって測定した銅膜付きウェーハのエッチング速度は、1000Å/分以下、特に500Å/分以下とすることができ、更には30~200Å/分とすることができる。また、後記の実施例における(3)水系分散体の性能評価の③研磨速度の項に記載の方法によって銅膜を研磨した場合の研磨速度は、3000Å/分以上、特に4000Å/分以上とすることができ、更には2500~9000Å/分とすることができる。更に、第1乃至第3発明では、上記の方法によって評価したエッチング速度が1000Å/分以下、特に500Å/分以下、更には30~200Å/分であって、且つ研磨速度が3000Å/分以上、特に4000Å/分以上、更には2500~9000Å/分である水系分散体とすることもできる。

【0023】

【発明の実施の形態】以下、実施例によって本発明を更に詳しく説明する。

(1) 誘電率の低い多孔質の絶縁膜の製造例

①ポリシロキサンゾルの調製

101.5gのメチルトリメトキシシラン、276.8gのメトキシプロピオン酸メチル及び9.7gのテトライソプロポキシチタン/アセト酢酸エチル錯体からなる混合溶液を60℃に加熱し、この混合溶液に112.3gの $\gamma$ -ブチロラクトンと水との混合物(重量比で4.58)を1時間かけて滴下した。混合物の滴下終了後、60℃で1時間反応させ、ポリシロキサンゾルを得た。

【0024】②絶縁膜の製造

①で得られたポリシロキサンゾル15gと、ポリスチレン粒子1gとを混合し、得られた混合物をITO基板上にスピンコート法によって塗布し、膜厚1.39 $\mu\text{m}$ の塗膜を形成した。その後、80℃で5分間、続いて200℃で5分間加熱し、次いで、真空下、340℃、360℃及び380℃の順でそれぞれ30分間加熱し、更に450度で1時間加熱して無色透明の皮膜を形成した。この皮膜の断面を走査型電子顕微鏡で観察したところ、微細な空孔が形成されていることが確認された。また、誘電率は1.98であり、空隙率は15%であった。

【0025】(2)水系分散体の調製

実施例1

炭酸水素カリウム、クエン酸三アンモニウム、ヒュームド法シリカ粒子（日本アエロジル株式会社製、商品名「アエロジル#50」）及び過酸化水素を、それぞれ0.01重量%、1重量%、5重量%及び1重量%の濃度となるようにイオン交換水に配合し、pH7.4の水系分散体を調製した。

#### 【0026】実施例2～10

炭酸水素カリウム、クエン酸三アンモニウム及び過酸化水素を表1のように変量した他は実施例1と同様にして特定のpHを有する水系分散体を調製した。但し、実施例9ではクエン酸三アンモニウムに代えてクエン酸（pHが第1発明の範囲内である場合）を、実施例10ではクエン酸三アンモニウムに代えてクエン酸三カリウムを使用した。

#### \*【0027】比較例1～11

表2のように、炭酸水素カリウムを配合せず、過酸化水素を0.5重量%とし（比較例1）、クエン酸三アンモニウムをクエン酸（pHが第1発明の範囲を外れる場合）に代え（比較例2）、ヒュームド法シリカ粒子をヒュームド法アルミナ粒子（デグサ社製、商品名「Aluminum Oxide C」）に代え（比較例3）、過酸化水素を配合せず（比較例4）及び硝酸又は水酸化カリウムによってpHを第1発明の範囲外とした（比較例5～6）他は、実施例1と同様にして特定のpHを有する水系分散体を調製した。以上、実施例1～10及び比較例1～6の水系分散体を使用し、銅膜付きウェーハを研磨した。

#### 【0028】

#### 【表1】

\* 表 1

		砥粒		炭酸水素カリウム (wt%) [モル/リットル]	クエン酸アンモニウム (wt%) [モル/リットル]	他の酸又は塩 (wt%) [モル/リットル]	過酸化水素 (wt%)	pH	
		種類	含有量 (wt%)						
実施例	1	シリカ	5	0.01 [0.001]	1 [0.041]	—	1	7.4	
	2						0.5	7.3	
	3				0.1 [0.0041]		0.1	7.4	
	4								7.3
	5			0.1 [0.01]	1 [0.041]		1	4.5	
	6							8.9	
	7							8.2	
	8			0.005 [0.0005]	—		クエン酸/1 [0.052] クエン酸ナトリウム/0.1 [0.0031]	2	7.0
	9			0.01 [0.001]				1	4.1
	10								

#### 【0029】

#### ※ ※ 【表2】

表 2

		砥粒		炭酸水素カリウム (wt%) [モル/リットル]	クエン酸アンモニウム (wt%) [モル/リットル]	他の酸又は塩 (wt%) [モル/リットル]	過酸化水素 (wt%)	pH
		種類	含有量 (wt%)					
実施例	1	シリカ	5	—	1 [0.041]	—	0.5	7.1
	2			—	クエン酸/1 [0.052]	1	2.1	
	3	アルミナ		0.01 [0.001]	1 [0.041]	—	—	7.3
	4	シリカ					—	7.2
	5						1	2.4
	6							10.6

#### 【0030】(3) 水系分散体の性能評価

##### ①安定性

1滴（約0.02cc）の水系分散体をスライドガラス上に滴下し、光学顕微鏡によって観察した。評価基準は、A；ブラウン運動しており、安定性に優れる、B；全体に緩やかに凝集する傾向にある、C；強く凝集する、である。

#### ★【0031】②エッチング速度

2×2cmに割り取った銅膜付きウェーハを水系分散体に30分間浸漬し、浸漬前後の銅膜の厚さを測定し、下記の式によってエッチング速度を算出した。  
エッチング速度（Å/分）＝（浸漬前の銅膜の厚さ－浸漬後の銅膜の厚さ）／浸漬時間

#### ★50 【0032】③研磨速度

研磨装置としてラップマスター社製の型式「LGP-510」を使用し、下記の条件で銅膜付きウェーハを研磨し、下記の式によって研磨速度を算出した。

テーブル回転数；50rpm、ヘッド回転数；50rpm、研磨圧力；210g/cm<sup>2</sup>、オッシレーションストローク；5回/分、水系分散体供給速度；120cc/分、テーブル温度；23℃、研磨時間；90秒、研磨パッド；ロデル・ニッタ社製、品番IC1000/SUBA400の2層構造

研磨速度 (Å/分) = (研磨前の銅膜の厚さ - 研磨後の銅膜の厚さ) / 研磨時間

【0033】尚、②及び③において、銅膜の厚さは抵抗率測定機 (NPS社製、型式「Σ-5」) により直流4探針法でシート抵抗を測定し、このシート抵抗値と銅の抵抗率から下記の式によって算出した。

銅膜の厚さ (Å) = [シート抵抗値 (Ω/cm<sup>2</sup>) × 銅の抵抗率 (Ω/cm)] × 10<sup>8</sup>

【0034】④銅配線の腐食の有無

\*

表 3

		分散体の安定性	研磨速度 (Å/分)	研磨速度 (Å/分)	銅配線の腐食の有無	絶縁膜のスクラッチ等の有無
実施例	1	A	120	4900	A	A
	2		400	5200		
	3		900	8500		
	4		50	6600		
	5		100	5500		
	6		105	4900		
	7		140	4600		
	8		180	4100		
	9		50	5900		
	10		140	3100		

\*銅膜を15000Å/分の速度で研磨することができる条件で銅膜付きウェーハ (SKW社製、商品名「SKW6-1」) を研磨した後、反射型光学顕微鏡により倍率200倍で線幅20μmの配線を観察し、腐食の有無を評価した。評価基準は、A；まったく腐食がない、B；僅かに腐食が観察される、C；断線するほどの腐食が観察される、である。

【0035】⑤絶縁膜のスクラッチ或いは剥離の有無  
銅膜を15000Å/分の速度で研磨することができる条件で (1) において製造した絶縁膜を研磨し、研磨後の被研磨面の外観を目視で観察した。評価基準は、A；まったくスクラッチがない、B；数本のスクラッチが観察される、C；複数の個所で剥離しているのが観察される、である。以上、①～⑤の評価結果を、実施例1～10については表3に、比較例1～6については表4に示す。

【0036】

【表3】

【0037】

※ ※【表4】

表 4

		分散体の安定性	エッチング速度 (Å/分)	研磨速度 (Å/分)	銅配線の腐食の有無	絶縁膜のスクラッチ等の有無
比較例	1	B	120	2900	B	B
	2		590	1800		
	3	C	150	1600	C	C
	4	A	50	900	A	A
	5		360	2400	C	B
	6		290	2800		

【0038】表3の結果によれば、第1発明に対応する実施例1～10では、過度にエッチングされることがなく、研磨速度も3100Å以上であり、且つ安定性に優れ、銅配線の腐食及び絶縁膜のスクラッチが十分に抑えられる水系分散体が得られていることが分かる。

【0039】一方、表4の結果によれば、炭酸水素カリウムを含有していない比較例1では、安定性、腐食及びスクラッチの発生において劣っていることが分かる。また、クエン酸アンモニウムに代えてクエン酸を使用し、pHが低い比較例2では、エッチング速度が大きく、研磨速度は小さく、安定性、腐食及びスクラッチの発生においても劣っていることが分かる。更に、シリカ粒子に代えてアルミナ粒子を使用した比較例3では、安定性、腐食及びスクラッチの発生がいずれも著しく劣っており、研磨速度も非常に小さいことが分かる。また、過酸\*

\*化水素を用いなかった比較例4では、安定性、腐食及びスクラッチの発生は何ら問題ないものの、研磨速度が著しく小さい。更に、第1発明に対応する組成ではあるものの、pHが下限値未満である比較例5、上限値を超える比較例6では、腐食及びスクラッチが相当に発生し、研磨速度も十分ではないことが分かる。

【0040】

【発明の効果】第1発明によれば、安定性に優れ、研磨速度が大きく、腐食、スクラッチ等の発生が抑えられ、銅の化学機械研磨において有用な水系分散体を得ることができる。また、第1乃至第3発明の水系分散体は、第4発明のように、シルセスキオキサンを主成分とする絶縁膜のように、誘電率が低く、多孔質の絶縁膜に設けられた銅配線の研磨において特に有用である。

フロントページの続き

(51)Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード(参考)
C 09 K 13/06	1 0 1	C 09 K 13/06	1 0 1
H 01 L 21/304	6 2 2	H 01 L 21/304	6 2 2 D
(72)発明者 南 幅 学		(72)発明者 元 成 正之	
神奈川県横浜市磯子区新杉田8番地 株式		東京都中央区築地二丁目11番24号 ジェイ	
会社東芝横浜事業所内		エスアール株式会社内	
(72)発明者 奥村 勝弥		(72)発明者 飯尾 章	
神奈川県横浜市磯子区新杉田8番地 株式		東京都中央区築地二丁目11番24号 ジェイ	
会社東芝横浜事業所内		エスアール株式会社内	
(72)発明者 服部 雅幸		Fターム(参考) 3C058 AA07 CA04 CB02 CB03 CB10	
東京都中央区築地二丁目11番24号 ジェイ		DA02 DA12 DA17	
エスアール株式会社内		4G072 AA28 BB05 CC18 EE01 GG02	
		HH17 JJ11 JJ34 JJ41 KK09	
		KK17 LL06 MM02 UU30	
		4K053 PA02 PA06 RA13 RA28 RA45	
		SA12	